

Air dan air limbah – Bagian 34: Cara uji aluminium (Al) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – nyala



© BSN 2009

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Istilah dan definisi.....	1
3 Cara uji.....	2
4 Pengendalian mutu.....	5
5 Rekomendasi.....	6
Lampiran A (normatif) Pelaporan.....	7
Lampiran B (informatif) Pemakaian asam lain bersama dengan asam nitrat untuk persiapan contoh uji	8
Bibliografi	9
Tabel B.1 - Pemakaian asam lain bersama dengan asam nitrat untuk persiapan contoh uji	8

Prakata

Standar Nasional Indonesia ini merupakan hasil revisi dari SNI 06-6989.34-2005, *Air dan air limbah – Bagian 34: Cara uji kadar aluminium (Al) dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination Of Water and Wastewater 21 th Edition*, editor L.S.Clesceri, A.E.Greenberg, A.D.Eaton, APHA, AWWA and WPCF, Washington DC (2005). SNI ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis 13-03-S1, *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 13-03, *Kualitas Lingkungan dan Manajemen Lingkungan* dengan para stakeholder terkait.

SNI ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis dan pemerintah terkait pada tanggal 11 September 2007 di Serpong dan telah melalui konsensus nasional Jajak Pendapat pada tanggal 11 Juni 2008 sampai dengan tanggal 11 Agustus 2008.

Dengan SNI ini, maka penerapan SNI 06-6989.34-2005, dinyatakan tidak berlaku lagi. Pemakai SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.



Air dan air limbah – Bagian 34: Cara uji aluminium (Al) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – nyala

1 Ruang lingkup

Metode pengujian ini digunakan untuk menentukan logam aluminium (Al) terlarut dan total dalam air dan air limbah secara spektrofotometri serapan atom (SSA)-nyala pada kisaran kadar 5 mg Al/L sampai dengan 100 mg Al/L dengan panjang gelombang 309,3 nm.

2 Istilah dan definisi

2.1

air bebas mineral

air yang diperoleh dengan cara penyulingan ataupun proses demineralisasi sehingga diperoleh air dengan konduktifitas lebih kecil dari 2 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

2.2

aluminium terlarut

aluminium dalam air yang dapat lolos melalui saringan membran berpori 0,45 μm .

2.3

aluminium total

aluminium yang terlarut dan tersuspensi dalam air setelah dilakukan proses pemanasan dengan asam kuat.

2.4

blind sample

larutan baku dengan kadar analit tertentu yang diperlakukan seperti contoh uji.

2.5

kurva kalibrasi

kurva yang menyatakan hubungan kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan absorbansi masuk yang merupakan garis lurus.

2.6

larutan asam nitrat 1:1

larutan dibuat dengan melarutkan satu bagian HNO_3 pekat dengan satu bagian air bebas mineral.

2.7

larutan asam klorida 1:1

larutan dibuat dengan melarutkan satu bagian HCl pekat dengan satu bagian air bebas mineral.

2.8

larutan induk logam aluminium (Al)

larutan yang mempunyai kadar logam 100 mg Al/L yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang rendah.

2.9

larutan baku logam aluminium (Al)

larutan induk logam aluminium yang diencerkan dengan air bebas mineral sampai kadar tertentu.

2.10

larutan kerja logam aluminium (Al)

larutan baku logam aluminium yang diencerkan dan digunakan untuk membuat kurva kalibrasi.

2.11

larutan blanko

air bebas mineral yang diperlakukan sama dengan contoh uji.

2.12

larutan pengencer

larutan yang digunakan sebagai pengencer dalam pembuatan larutan baku.

2.13

larutan pencuci

larutan yang digunakan untuk mencuci semua peralatan gelas dan plastik.

2.14

matrix modifier

bahan yang digunakan untuk mengurangi gangguan matriks contoh uji.

2.15

spike matrix

contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu.

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Analit logam aluminium dalam nyala nitrous oksida (N_2O)-asetilen diubah menjadi bentuk atomnya, menyerap energi radiasi elektromagnetik yang berasal dari lampu katoda dan besarnya serapan berbanding lurus dengan kadar analit.

3.2 Bahan

- a) Asam klorida (HCl) pekat p.a;
- b) Air bebas mineral;
- c) Asam nitrat (HNO_3) pekat p.a;
- d) Gas N_2O ;
- e) Gas asetilin (C_2H_2) HP dengan tekanan minimum 100 psi;
- f) Larutan pengencer HNO_3 0,05 M;
Larutkan 1,5 mL HNO_3 pekat ke dalam 1000 mL air bebas mineral dalam gelas piala.
- g) Larutan pencuci HNO_3 5% (v/v).
Tambahkan 50 mL asam nitrat pekat ke dalam 800 mL air bebas mineral ke dalam gelas piala 1000 mL, lalu tambahkan air bebas mineral hingga 1000 mL dan homogenkan.
- h) Udara tekan HP atau udara tekan dari kompresor.

3.3 Peralatan

Peralatan yang digunakan terdiri atas:

- Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)-nyala;
- Lampu katoda berongga (*Hollow Cathode Lamp/HCL*) aluminium;
- Gelas piala 10,0 dan 50,0 mL;
- Pipet volumetrik 5,0 mL, 10,0 mL dan 50,0 mL;
- Labu ukur 50,0 mL; 100,0 dan 1000,0 mL;
- Erlenmeyer* 100 mL;
- Corong gelas;
- Kaca arloji;
- Pemanas listrik;
- Seperangkat alat saring vakum;
- Saringan membran dengan ukuran pori 0,45 μm ;
- Timbangan analitik dengan ketelitian 0,0001 g; dan
- Labu semprot.

3.4 Pengawetan contoh uji

Bila contoh uji tidak dapat segera di uji, maka contoh uji diawetkan sesuai petunjuk di bawah ini:

Wadah	:	Botol gelas
Pengawet	:	a) Untuk logam total, asamkan dengan HNO_3 hingga pH <2 b) Untuk logam terlarut, saring dengan filter selulosa asetat 0,45 μm dan diasamkan dengan HNO_3 hingga pH <2
Lama Penyimpanan	:	6 bulan
Kondisi Penyimpanan	:	Suhu ruang

3.5 Persiapan pengujian

3.5.1 Persiapan contoh uji aluminium terlarut

Siapkan contoh uji yang telah disaring dengan saringan membran berpori 0,45 μm dan diawetkan. Contoh uji siap diukur.

3.5.2 Persiapan contoh uji aluminium total

Siapkan contoh uji untuk pengujian aluminium total, dengan tahapan sebagai berikut:

- Homogenkan contoh uji, pipet 50,0 mL contoh uji dan masukkan ke dalam gelas piala 100 mL atau *Erlenmeyer* 100 mL;
- Tambahkan 5 mL HNO_3 pekat, bila menggunakan gelas piala, tutup dengan kaca arloji dan bila dengan *Erlenmeyer* gunakan corong sebagai penutup;
- Panaskan perlahan-lahan sampai sisa volumenya 15 mL sampai dengan 20 mL;
- Jika destruksi belum sempurna (tidak jernih), maka tambahkan lagi 5 mL HNO_3 pekat, kemudian tutup gelas piala dengan kaca arloji atau tutup *Erlenmeyer* dengan corong dan panaskan lagi (tidak mendidih). Lakukan proses ini secara berulang sampai semua logam larut, yang terlihat dari warna endapan dalam contoh uji menjadi agak putih atau contoh uji menjadi jernih.

CATATAN Jika destruksi tidak sempurna, lihat tabel pada Lampiran B.

- Bilas kaca arloji dan masukkan air bilasannya ke dalam gelas piala;

- f) Pindahkan contoh uji ke dalam labu ukur 50,0 mL (saring bila perlu) dan tambahkan air bebas mineral sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan;
- g) Contoh uji siap diukur absorbansinya.

3.5.3 Pembuatan larutan induk logam aluminium 100 mgAl/L

- a) Timbang $\pm 0,100$ g logam aluminium dan masukkan ke dalam labu ukur 1000,0 mL;
- b) Tambahkan campuran 4 mL HCl (1:1) dan 1 mL HNO₃ pekat sampai larut (0,100 g Al \approx 100 mg Al/L);
- c) Tambahkan air bebas mineral hingga tepat tanda tera, lalu homogenkan;
- d) Hitung kadar aluminium berdasarkan hasil penimbangan.

CATATAN Larutan ini dapat dibuat dari larutan standar 1000 mg Al/L siap pakai atau dari kalium aluminium sulfat 12-hidrat (KAl(SO₄)₂·12H₂O).

3.5.4 Pembuatan larutan kerja logam aluminium (Al)

Buat deret larutan kerja dengan 1 (satu) blanko dan minimal 3 (tiga) kadar yang berbeda secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran.

3.6 Prosedur dan pembuatan kurva kalibrasi

3.6.1 Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat dengan tahapan sebagai berikut:

- a) Operasikan alat dan optimasikan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengukuran aluminium;

CATATAN 1 Salah satu cara optimasi alat dengan uji sensitivitas.

CATATAN 2 Tambahkan *matrix modifier* dan atau atasi gangguan pengukuran sesuai dengan SSA yang digunakan.

- b) Aspirasikan larutan blanko ke dalam SSA-nyala kemudian atur serapan hingga nol;
- c) Aspirasikan larutan kerja satu persatu ke dalam SSA-nyala, lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 309,3 nm, kemudian catat;
- d) Lakukan pembilasan pada selang aspirator dengan larutan pengencer;
- e) Buat kurva kalibrasi dari data pada butir 3.6.1.c) di atas, dan tentukan persamaan garis lurus;
- f) Jika koefisien korelasi regresi linier (r) $< 0,995$, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada butir 3.6.1 b) sampai dengan c) hingga diperoleh nilai koefisien $r \geq 0,995$.

3.6.2 Cara uji

Uji kadar aluminium dengan tahapan sebagai berikut:

- a) Aspirasikan contoh uji ke dalam SSA-nyala lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 309,3 nm. Bila diperlukan, lakukan pengenceran;
- b) Catat hasil pengukuran.

3.7 Perhitungan

$$\text{Konsentrasi logam aluminium (Al) (mg/L)} = C \times f_p \quad (1)$$

Keterangan:

C adalah konsentrasi yang didapat hasil pengukuran (mg/L);
 f_p adalah faktor pengenceran.

4 Pengendalian mutu

- Gunakan bahan kimia pro analisis (pa).
- Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
- Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
- Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.
- Perhitungan koefisien korelasi (r) lebih besar atau sama dengan 0,995 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
- Lakukan analisis blanko dengan frekuensi 5 % sampai dengan 10 % per *batch* atau 1 kali jika satu contoh uji untuk kontrol kontaminasi.
- Lakukan analisis duplo dengan frekuensi 5% sampai dengan 10% per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol ketelitian analisis. Jika Perbedaan Persen Relatif (*Relative Percent Difference/RPD*) sama dengan 10 % maka dilakukan pengukuran ketiga.

Persen RPD

$$\% \text{RPD} = \left| \frac{\text{hasil pengukuran} - \text{duplikat pengukuran}}{(\text{hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran}) / 2} \right| \times 100 \% \quad (2)$$

- Lakukan kontrol akurasi dengan *spike matrix* atau salah satu standar kerja dengan frekuensi 5 % sampai dengan 10 % per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10. Kisaran persen temu balik untuk *spike matrix* adalah 85 % sampai dengan 115 % dan untuk standar kerja 90 % sampai dengan 110 %.

Persen temu balik (% *recovery*, % R)

$$\% R = \left(\frac{A - B}{C} \right) \times 100 \% \quad (3)$$

Keterangan:

A adalah kadar contoh uji yang diperkaya (*spike*) (mg/L);
 B adalah kadar contoh uji (mg/L);
 C adalah kadar standar yang ditambahkan (*target value*) (mg/L).

CATATAN 1 Volume *spike matrix* yang ditambahkan maksimal 5 % dari volume contoh uji.

CATATAN 2 Hasil akhir kadar contoh uji yang diperkaya (*spike matrix*) berkisar 2 kali kadar contoh uji. Kadar contoh uji yang sudah diperkaya berada pada kisaran rentang pengukuran.

5 Rekomendasi

- a) Lakukan analisis *blind sample*.
- b) Buat *control chart* untuk akurasi dan presisi analisis.



Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- a) Tanggal penerimaan contoh uji.
- b) Nomor contoh uji.
- c) Parameter yang dianalisis.
- d) Nama analis.
- e) Tanggal analisis.
- f) Rekaman hasil pengukuran duplo, triplo dan seterusnya.
- g) Rekaman kurva kalibrasi.
- h) Batas deteksi.
- i) Rekaman hasil perhitungan.
- j) Hasil pengukuran persen *spike matrix* atau *blind sample* (bila dilakukan).
- k) Kadar analit dalam contoh uji.



Lampiran B
(informatif)

Pemakaian asam lain bersama dengan asam nitrat untuk persiapan contoh uji

**Tabel B.1 - Pemakaian asam lain bersama dengan asam nitrat
untuk persiapan contoh uji**

Asam	Disarankan untuk analisis	Bisa berguna untuk contoh uji	Tidak disarankan untuk analisis
HCl	Ag	Sb, Ru, Sn	Th, Pb
H ₂ SO ₄	Ti	-	Ag, Pb, Ba
HClO ₄	-	Bahan organik	-
HF	-	Bahan yang mengandung silika	-



Bibliografi

Standard Methods, Examination of Water and Wastewater 21st Edition, 2005, Method 3111D.

Komite Akreditasi Nasional, SR 02, *Persyaratan tambahan untuk akreditasi laboratorium pengujian kimia dan biologi*, 2004









BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id